

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 3 年 2 月 2 0 日
Date of Application:

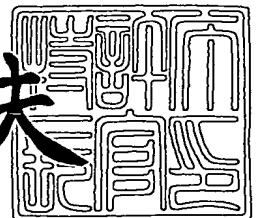
出 願 番 号 特 願 2 0 0 3 - 0 4 3 2 1 2
Application Number:
[ST. 10/C] : [J P 2 0 0 3 - 0 4 3 2 1 2]

出 願 人
Applicant(s): H O Y A 株 式 会 社
 ホーヤ ガラスディスク タイランド リミテッド

2 0 0 4 年 2 月 5 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号 出証特 2 0 0 4 - 3 0 0 6 6 0 3

【書類名】 特許願

【整理番号】 HOY0838

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C03C 21/00
G11B 5/82

【発明者】

【住所又は居所】 東京都新宿区中落合 2 丁目 7 番 5 号 H O Y A 株式会社
内

【氏名】 江藤 伸行

【発明者】

【住所又は居所】 タイ王国 ランプーン アンパームアン タンボルバン
クラン ムー 4 6 0 / 2 6 ホーヤ ガラスディスク
タイランド リミテッド内

【氏名】 磯野 英樹

【特許出願人】

【識別番号】 000113263

【氏名又は名称】 H O Y A 株式会社

【特許出願人】

【住所又は居所】 タイ王国 ランプーン アンパームアン タンボルバン
クラン ムー 4 6 0 / 2 6

【氏名又は名称】 ホーヤ ガラスディスク タイランド リミテッド

【代理人】

【識別番号】 100091362

【弁理士】

【氏名又は名称】 阿仁屋 節雄

【選任した代理人】

【識別番号】 100090136

【弁理士】

【氏名又は名称】 油井 透

【選任した代理人】

【識別番号】 100105256

【弁理士】

【氏名又は名称】 清野 仁

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 013675

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 磁気ディスク用ガラス基板の処理方法および製造方法、並びに磁気ディスク

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

アルカリイオンを含有する磁気ディスク用ガラス基板を処理する処理方法であって、

前記磁気ディスク用ガラス基板に含有されるアルカリイオンのうち最も小さなイオン半径を有するものよりも、大きなイオン半径を有する第 1 のアルカリイオンを用いて前記磁気ディスク用ガラス基板を処理した後に、

前記第 1 のアルカリイオンよりも、大きなイオン半径を有する第 2 のアルカリイオンを用いて前記磁気ディスク用ガラス基板を処理することを特徴とする磁気ディスク用ガラス基板の処理方法。

【請求項 2】

請求項 1 に記載の磁気ディスク用ガラス基板の処理方法であって、

前記第 1 のアルカリイオンを供給する処理剤として、硝酸ナトリウムを含む熔融塩を用い、

前記第 2 のアルカリイオンを供給する処理剤として、硝酸カリウムを含む熔融塩を用いることを特徴とする磁気ディスク用ガラス基板の処理方法。

【請求項 3】

請求項 1 又は 2 に記載の磁気ディスク用ガラス基板の処理方法であって、

前記磁気ディスク用ガラス基板として、 SiO_2 : 58～75 重量%と、 Al_2O_3 : 5～23 重量%と、 Li_2O : 3～10 重量%と、 Na_2O : 4～13 重量%とを、含むガラスを用いることを特徴とする磁気ディスク用ガラス基板の処理方法。

【請求項 4】

請求項 1 乃至 3 の何れか 1 項に記載の磁気ディスク用ガラス基板の処理方法であって、

前記磁気ディスク用ガラス基板として、板厚が 0.6 mm 以下のものを用いるこ

とを特徴とする磁気ディスク用ガラス基板の処理方法。

【請求項 5】

請求項 1 乃至 4 の何れか 1 項に記載の処理方法を、施すことを特徴とする磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。

【請求項 6】

請求項 5 に記載の製造方法により製造された磁気ディスク用ガラス基板上に、少なくとも磁性層を形成することを特徴とする磁気ディスクの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、例えば、ハードディスクドライブなどの磁気ディスク装置に搭載される磁気ディスク等に好適な、ガラス基板の処理方法および製造方法、並びに磁気ディスクに関する。

【0002】

【従来の技術】

従来、磁気ディスク用の基板として、アルミ基板、ポリカーボネート基板、ガラス基板などが用いられる。なかでも、平滑性及び剛性の高いガラス基板は、高記録密度を要求されるハードディスクドライブ（以下、HDDと記載する。）用のディスク基板として好適とされている。ここで、HDDにおいては、高速回転する磁気ディスク上を、磁気ヘッドが狭隘な浮上量で飛行しながら情報の記録再生を行なっている。このため、磁気ディスクの基板として、耐衝撃性が高く、高強度の基板が求められている。ところが、ガラス基板は高剛性である一方、脆性素材でもあるため、耐衝撃性改善の観点から表面強度を向上させる試みがなされている。

【0003】

例えば、ガラス基板を磁気ディスク用基板として用いる場合には、耐衝撃性や耐振動性を向上させ、衝撃や振動によってガラス基板が破損するのを防止する目的で、ガラス基板の表面に（低温）イオン交換法による化学強化のための処理を施すことが多い。

【0004】

化学強化のための処理とは、例えば、ガラス基板表面を構成しているLi、Naイオン等を、それらよりも大きなイオン半径を有するNa、Kイオン等へ、イオン交換により置換することで、ガラス基板表面に強い圧縮応力を発生させて強度を増大させる処理である。このようなガラス基板の化学強化のための処理としては、例えば特許文献1に示す技術が提案されている。特許文献1では、ガラス基板表面のNaイオンと硝酸カリウム塩のKイオンとを交換することで、ガラス基板の化学強化処理を行なっている。この他、硝酸カリウム塩単体ではなく、硝酸カリウム塩と硝酸ナトリウム塩との混合塩を用いてガラス基板を処理する技術も知られている。

【0005】

【特許文献1】

特開平7-230621号公報

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

最近の急速なIT社会の発達に伴い、磁気ディスクにおいても、高記録密度化、小型化が急速な勢いで進展している。特にユビキタス技術の発達に伴い、モバイル対応したHDDへのニーズは急速に高まっている。また、低価格化要請も日増しに高まっている。そして、ここまでHDD用のディスク基板としてガラス基板が好適とされている旨を説明してきたが、例えば、モバイル対応HDD用途に好適な薄板ガラス基板においては、従来のような化学強化のための処理をおこなっても、ガラス基板表面に所定の圧縮応力が得られない場合や、ガラス基板内部の引張応力が過度に大きくなる場合があることが判明した。

【0007】

ガラス基板表面の圧縮応力が小さいと、ガラス基板の衝撃に対する耐性が低くなるので、例えばモバイル用途時に破損することが考えられ、ガラス基板内部の引張応力が過度に大きいと、ガラス基板の強度が低下し経時破損する場合がある。

【0008】

このため、従来の化学強化のための処理方法を用いて、ガラス基板を量産した場合、得られるガラス基板の個体毎の抗折強度に大きなバラツキが生じるという問題点が生じた。このためガラス基板を量産しようとしても、不良率が大きく生産コストが上昇するため、磁気ディスク用ガラス基板の低価格化が阻害されていた。

【0 0 0 9】

本発明は、上記問題点に鑑みてなされたものであり、抗折強度が高く、経時破損も起こすことのない、HDDなどの磁気ディスク装置に搭載される磁気ディスク等に好適なガラス基板を製造するための、処理方法および製造方法、並びに当該ガラス基板を用いた磁気ディスクを提供することを目的とする。

【0 0 1 0】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、ガラス基板に対し様々な処理剤を用いて化学強化のための処理を行った。その結果、ガラス基板へ、高い抗折強度と、経時破損への耐久性を与えるためには、ガラス基板の板厚に応じ、基板表面から内部にかけて、当該処理により付与する応力のプロファイルを制御する必要が有ることに想到した。そこでさらに、基板に用いる処理剤と、基板に付与される応力プロファイル、高い抗折強度および経時破損への耐久性との関係を研究し、強度を安定して発揮する磁気ディスク用ガラス基板の製造の際に施す処理方法を発明したものである。

【0 0 1 1】

本発明は以下の構成を有する。

(構成1) アルカリイオンを含有する磁気ディスク用ガラス基板を処理する処理方法であって、

前記磁気ディスク用ガラス基板に含有されるアルカリイオンのうち最も小さなイオン半径を有するものよりも、大きなイオン半径を有する第1のアルカリイオンを用いて前記磁気ディスク用ガラス基板を処理した後に、

前記第1のアルカリイオンよりも、大きなイオン半径を有する第2のアルカリイオンを用いて前記磁気ディスク用ガラス基板を処理することを特徴とする磁気ディスク用ガラス基板の処理方法である。

【0012】

上述の構成を有する処理をおこなった磁気ディスク用ガラス基板は、高い抗折強度と、経時破損への耐久力とを有するものとなった。

【0013】

(構成2) 構成1に記載の磁気ディスク用ガラス基板の処理方法であって、前記第1のアルカリイオンを供給する処理剤として、硝酸ナトリウムを含む溶融塩を用い、

前記第2のアルカリイオンを供給する処理剤として、硝酸カリウムを含む溶融塩を用いることを特徴とする磁気ディスク用ガラス基板の処理方法である。

【0014】

前記第1のアルカリイオンを供給する処理剤として、硝酸ナトリウムを含む溶融塩を好適に用いることができ、前記第2のアルカリイオンを供給する処理剤として、硝酸カリウムを含む溶融塩を好適に用いることができる。

【0015】

(構成3) 構成1又は2に記載の磁気ディスク用ガラス基板の処理方法であって、

前記磁気ディスク用ガラス基板として、 SiO_2 : 58~75重量%と、 Al_2O_3 : 5~23重量%と、 Li_2O : 3~10重量%と、 Na_2O : 4~13重量%とを、含むガラスを用いることを特徴とする磁気ディスク用ガラス基板の処理方法である。

【0016】

上述の構成を有している磁気ディスク用ガラス基板は、上述の処理の後、高い抗折強度と、経時破損への耐久力とを有するものとなった。

【0017】

(構成4) 構成1乃至3の何れか1項に記載の磁気ディスク用ガラス基板の処理方法であって、

前記磁気ディスク用ガラス基板として、板厚が0.6mm以下のものを用いることを特徴とする磁気ディスク用ガラス基板の処理方法である。

【0018】

上述の処理により磁気ディスク用ガラス基板に付与される、高い抗折強度と、経時破損への耐久力とは、磁気ディスク用ガラス基板の板厚が0.6mm以下であっても発揮された。

【0019】

(構成5) 構成1乃至4の何れか1項に記載の処理方法を、施すことを特徴とする磁気ディスク用ガラス基板の製造方法である。

【0020】

磁気ディスク用ガラス基板の製造方法において、構成1乃至4の何れか1項に記載の処理方法を施すことにより、高い抗折強度と経時破損への耐久力とを有する磁気ディスク用ガラス基板を製造することができた。

【0021】

(構成6) 構成5に記載の製造方法により製造された磁気ディスク用ガラス基板上に、少なくとも磁性層を形成することを特徴とする磁気ディスクの製造方法である。

【0022】

上述の構成により高い抗折強度と経時破損への耐久力とを有する磁気ディスクを製造することができた。

【0023】

【発明の実施の形態】

本発明にかかる磁気ディスク用ガラス基板（以下、ガラス基板と記載する。）の製造の際に施す処理の実施形態について説明する。

まず、ガラス基板であって、最も小さなイオン半径を有するアルカリイオンとして、例えばリチウムイオンを含有するものを準備する。そして、ガラス基板に含有される、最も小さなイオン半径を有するアルカリイオン（今回は、リチウムイオン）よりも大きなイオン半径を有する第1のアルカリイオン、例えばナトリウムイオンを含有する処理剤を用いて、1度目のガラス基板の処理を行なう。

【0024】

すると、ガラス基板中の小さなイオン半径を有するアルカリイオン（リチウムイオン）は、処理剤中の、より大きなイオン半径を有する第1のアルカリイオン

(ナトリウムイオン)とイオン交換される。この結果、ガラス基板表面には圧縮応力が生成し、さらに、前記第1のアルカリイオンが、ガラス基板内部に向かって浸潤するために、ガラス基板内にも圧縮応力層が形成される。このとき、ガラス基板内の圧縮応力層の圧縮応力に対抗し、均衡を得ようとして、ガラス基板の深部には引張応力が生成される。

【0025】

続いて、このガラス基板を、前記第1のアルカリイオンよりも大きなイオン半径を有する第2のアルカリイオン、例えばカリウムイオンを含有する処理剤を用いて、2度目のガラス基板の処理を行なう。

【0026】

この場合も、1度目の処理と同様のメカニズムにより、ガラス基板中のリチウムイオンやナトリウムイオンが、第2のアルカリイオン（カリウムイオン）とイオン交換される。この結果、ガラス基板の表面や、表面近くの層には圧縮応力が、深部には引張応力が生成されていく。しかし、第2のアルカリイオンは、第1のアルカリイオンよりも大きなイオン半径を有し、ガラス基板への浸潤も困難である。このため、第2のアルカリイオンにより生成される、ガラス基板表面や表面近くの層の圧縮応力は、第1のアルカリイオンにより生成される圧縮応力よりも大きな値となるが、その層厚は、1度目の処理の場合より小さいものとなる。

【0027】

そこで、上述した、1度目および2度目のガラス基板の処理により、ガラス基板表面、および内部に生成する、圧縮応力の値、圧縮応力層の層厚、および引張応力の値を把握し、これら1度目および2度目のガラス基板の処理条件を、適宜制御することによって、ガラス基板表面から内部にかけての応力プロファイルを制御することが可能となった。勿論、所望により3度目、4度目の処理をおこなうこともできる。

【0028】

この結果、処理対象のガラス基板に求められる物性条件に合わせた、前記応力プロファイルの設定が可能となった結果、例えば磁気ディスク用ガラス基板として所望される、薄板でありながら高い抗折強度と、経時破損への耐久性とを発揮

する好ましいガラス基板を得ることが可能となった。さらに、上述した、1 度目および2 度目... のガラス基板の処理は、工業的にも安定した処理であるので、精密な制御が可能であると同時に、量産時においても安定した品質のガラス基板を高い歩留まりで得る事ができ、生産コストの低減を図ることができる。

【0029】

次に、上述したガラス基板、各種処理剤、処理条件と、ガラス基板に付与される応力プロファイルに起因するガラス基板の物性条件との関連について説明し、さらに、上述した処理により作製された、好ましい物性条件を備えたガラス基板を用いた磁気ディスクの製造についても説明する。

【0030】

(ガラス基板)

本発明に係るガラス基板に用いるガラスとしては、アモルファスのアルミノシリケートガラスを好ましく用いることができる。アルミノシリケートガラスはイオン交換型化学強化方法、特に低温イオン交換型化学強化方法により好ましい圧縮応力、圧縮応力層、引張応力を精密に発揮させることができるので、本発明の作用を好ましく得る事ができる。さらに、アルミノシリケートガラスとしては、アルカリイオンを含むアルミノシリケートであることが好ましく、特に、リチウムイオンを含むアルミノシリケートガラスである事が望ましい。このようなアルミノシリケートガラスとして、その組成比は、 SiO_2 : 58~75 重量%、 Al_2O_3 : 5~23 重量%、 Li_2O : 3~10 重量%、 Na_2O : 4~13 重量%を含有するガラスであることが好ましい。

【0031】

また、前記ガラス基板の組成が、 SiO_2 : 62~75 重量%、 Al_2O_3 : 5~15 重量%、 Li_2O : 4~10 重量%、 Na_2O : 4~12 重量%、 ZrO_2 : 5.5~15 重量%を主成分として含有するとともに、 $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ の重量比が0.5~2.0、 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$ の重量比が0.4~2.5であるアルミノシリケートガラスであることは、さらに好ましい。

加えて、 ZrO_2 の未溶解物が原因で生じるガラス基板表面の突起を無くするためには、モル%表示で、 SiO_2 を57~74%、 ZrO_2 を0~2.8%、 Al_2O_3 を

3~15%、 Li_2O を7~16%、 Na_2O を4~14%含有するガラスを使用することが好ましい。

このようなアルミノシリケートガラスは、化学強化処理することによって、抗折強度が増加し、ヌープ硬度にも優れたものとなる。

【0032】

本発明におけるガラス基板の板厚としては、特に制限を設けるものではないが、本発明に係る作用を好ましく得られる板厚として、好ましくは0.2mm~0.9mmの板厚、さらに好ましくは0.2mm~0.6mmの板厚のガラス基板が挙げられる。本発明によれば、ガラス基板の板厚を、このような薄板とした場合であっても、高い抗折強度と、経時破損への耐久性とを発揮する好ましいガラス基板を安定した品質で廉価に供給することができる。

【0033】

本発明におけるガラス基板の形状としては多様なものが可能だが、磁気ディスク、なかでも、2.5インチ型ディスク形状よりも小径のディスク、即ち、直径65mm以下のガラスディスク基板であると、本発明の作用を好ましく発揮させることができる。特に、このような小径ディスクはモバイルHDD用として有用性が高い。

【0034】

本発明におけるガラス基板は、化学強化処理前に、基板表面が鏡面研磨されたガラス基板としておくことが好ましい。このような鏡面としては、ガラス基板の主表面において、例えば、 R_{max} が6nm以下、 R_a が0.6nm以下の鏡面、また、ガラス基板の端面において、例えば R_{max} が0.01~1 μm 、 R_a が0.001~0.8 μm の鏡面である事が好ましい。このような鏡面研磨されたガラス基板へ化学強化処理することにより、ガラス基板表面の微細領域においても、均一に化学強化処理を施すことができる。

【0035】

(処理剤)

本発明にあつては、前記第1のアルカリイオンによる化学強化処理の処理剤の例として、硝酸ナトリウムを主成分とする溶融塩（以下、単に、硝酸ナトリウム

と記載する。)が挙げられ、前記第2のアルカリイオンによる化学強化処理の処理剤の例として、硝酸カリウムを主成分とする熔融塩(以下、単に、硝酸カリウムと記載する。)が挙げられる。そこで、処理剤として、この硝酸ナトリウムと硝酸カリウムとを例とし、本発明の実施の形態についてさらに説明する。

【0036】

硝酸ナトリウムによる化学強化処理は、処理後のガラス基板の内部に厚い圧縮応力層を形成することができるので、仮にガラス基板へ深いクラックが入ったとしても、ガラス基板の強度を保持できるという利点がある。また、圧縮応力層が厚いので化学強化処理後のガラス基板の強度バラツキが小さく、安定した品質を得る事ができるという利点がある。しかし、処理後のガラス基板を、HDD、特にモバイル向けHDD用の磁気ディスクとして用いる観点からは、表面に生成される圧縮応力値に不足がある場合がある。さらに、上述した利点である、圧縮応力層が厚いことと引き換えに、ガラス基板深部に生成される引張応力が必要以上大きくなるという問題もある。特に、ガラス基板の板厚を薄板化した場合、ガラス基板内部の引張応力が、大きくなり易いという問題が顕著になる。これらの結果から、本発明者らは、ガラス基板に対し、硝酸ナトリウムによる処理のみでなく、さらなる処理を加えることを検討した。

【0037】

他方、硝酸カリウムによる化学強化処理は、処理後のガラス基板の表面に大きな圧縮応力を生成することができるので、ガラス基板の耐衝撃性を高くすることができるという利点がある。また、圧縮応力層が薄いので、ガラス深部に生成される引張応力値を緩和することができるという利点がある。

しかし、圧縮応力層が薄いために、量産時において、処理後のガラス基板毎の強度バラツキが大きく、得られるガラス基板の品質を安定化させる新たな手段が必要であると考えられた。

【0038】

本発明によれば、硝酸ナトリウムによる処理と硝酸カリウムによる処理とを組み合わせることで、両者の欠点を補いつつ、両者の利点を得るのみでなく、ガラス基板内において、適切な内部応力プロファイルを精密に制御することが可能と

なり、この結果、例えばガラス基板の板厚が薄い場合であっても、高い耐久性と強度を得ることができ、また安定した品質のガラス基板を廉価で製造することが可能となった。

【0039】

(処理方法)

本発明において、硝酸ナトリウムで処理を行なう場合、溶融塩に含有される硝酸ナトリウムは重量%で60%～100%であることが好ましい。硝酸ナトリウムが60～100重量%であれば、本発明の作用を好ましく得ることができる。

また、本発明において、硝酸カリウムで処理を行なう場合、溶融塩に含有される硝酸カリウムの濃度は重量%で60%～100%とする事が好ましい。硝酸カリウムが60～100重量%であれば、本発明の作用を好ましく得ることができる。

【0040】

さらに、本発明において、化学強化のための処理をおこなう場合、上述した溶融塩へさらにリチウムイオンを添加し、応力プロファイルの制御範囲を拡張することも好ましい構成である。リチウムイオンを添加する方法としては、上述した溶融塩に硝酸リチウムを添加する方法が、好ましく挙げられる。

【0041】

本発明における化学強化処理方法としては、従来より公知の処理方法であれば特に制限されないが、以下、処理方法としてイオン交換法を例とし説明する。

イオン交換法とは、加熱した処理剤の溶融塩へガラス基板を接触させ、ガラス基板表層のイオンを処理剤のイオンと交換させることで行う方法である。

ここで、イオン交換法といっても、低温型イオン交換法、高温型イオン交換法、表面結晶化法、ガラス表面の脱アルカリ法、等が知られている。しかし、ガラス基板の温度を上げすぎると、当該ガラス基板のガラス転移点温度（以下、 T_g と記載する。）を超え、ガラス基板としての物性が低下してしまうことも懸念されることから、 T_g を超えない領域でイオン交換を行う低温型イオン交換法を用いることが好ましい

尚、ここでいう低温型イオン交換法とは、 T_g 以下の温度域で、ガラス中のア

ルカリイオンを、それよりもイオン半径の大きいアルカリイオンと置換し、イオン交換部の容積増加によってガラス表層に圧縮応力を発生させてガラス表面を強化する方法のことである。

【0042】

尚、化学強化処理を行なうときの処理剤の加熱温度は、 T_g やイオン交換の反応速度等の観点から、 $280 \sim 660^\circ\text{C}$ 、特に $300 \sim 400^\circ\text{C}$ であることが好ましい。また、ガラス基板を処理剤に接触させる時間は、数時間～数十時間とすることが好ましい。尚、ガラス基板を処理剤に接触させる前に、予備加熱の目的で、予めガラス基板を $100 \sim 300^\circ\text{C}$ に加熱しておくことが好ましい。

化学強化処理後のガラス基板は、冷却、洗浄工程等を経て製品となる。

【0043】

(磁気ディスクの製造)

本発明により得られたガラス基板上に、少なくとも磁性層を形成することで磁気ディスクを製造することができる。

磁性層の形成方法については、特に制限は設けないが、例えば、DCマグネトロンスパッタリング法による成膜方法を好ましく挙げることができる。

磁性層としては、例えば、Co系磁性層、CoPt系磁性層、CoCr系磁性層等の強磁性磁性層を用いることができる。また、ガラス基板と磁性層との間に、適宜、下地層等の層を介挿させることで、上述した磁性層の磁気特性を向上させることができ好ましい。これら下地層等の材料として、AlRu系合金やCr系合金などを用いることができる。

【0044】

さらに、HDDに附属した磁気ヘッド等の衝撃から磁気ディスクを防護するため、磁性層上へ保護層を設けることも好ましい構成である。保護層としては、硬質な水素化炭素を含む保護層を好ましく用いることができる。また、この保護層上へ、パーフルオロポリエーテル (PFPE) 化合物等からなる潤滑層を形成することにより、磁気ヘッドと磁気ディスクとの干渉を緩和することができ好ましい。

潤滑層を磁気ディスク上へ塗布成膜するには、例えばディップ法により形成することができる。

【0045】

本発明に係る磁気ディスクは、薄板化しても抗折強度が高いガラス基板を用いているので、モバイル用HDDに用いる磁気ディスクとして好ましく適用することができる。さらに、ロードアンロード（以下、LULと記載する。）方式のHDD用磁気ディスクとして好ましく用いることができる。LUL方式のHDDの場合、LUL動作時に、HDDに附属する磁気ヘッドから磁気ディスクへ撃力が加えられるが、本発明に係る磁気ディスク及び当該磁気ディスク用を構成しているガラス基板は、強度が高く耐衝撃性に優れているので、これらの打撃に対して十分に対抗することができるからである。

【0046】

以下、実施例に基づき、本発明をより具体的に説明する。

[実施例1]

（ガラス基板の準備）

まず、アモルファスのアルミノシリケートガラスからなるディスク状のガラス基板を500枚用意した。このアルミノシリケートガラスはアルカリイオンとしてリチウムイオンを含有しており、その組成は、 SiO_2 ：63.6重量%、 Al_2O_3 ：14.2重量%、 Na_2O ：10.4重量%、 Li_2O ：5.4重量%、 ZrO_2 ：6.0重量%、 Sb_2O_3 ：0.4重量%である。

このガラス基板を精密に鏡面研磨することにより、ガラス基板の主表面の表面粗さを、 R_{max} で4.5nm、 R_a で0.46nmの平滑な鏡面に仕上げた。なお、この表面粗さの数値は、ガラス基板の主表面を原子間力顕微鏡（以下、AFMと記載する。）で測定して得た表面形状のデータを基に、日本工業規格（JIS）に従って算出したものである。

研磨後に得られたガラス基板は、ディスク直径：48mm、内径：12mm、板厚：0.51mmであった。

【0047】

（ガラス基板への処理）

この研磨後のガラス基板へ次の工程をおこない、低温型イオン交換法による化学強化処理をおこなった。

まず1度目の処理として、硝酸ナトリウムを含む処理剤を用意し、380℃に加熱し熔融させて熔融塩を調製した。

この熔融塩をサンプリングし、誘導結合プラズマ（ICP）法によりイオン含有量を分析したところ、当該熔融塩は、ナトリウムイオン以外のアルカリイオンや、その他の陽イオンはほぼ検出されない、清浄な熔融塩であることが判明した。

そこで、この熔融塩中へ前記ガラス基板を2時間浸漬させて、1度目の処理として、第1のアルカリイオンであるナトリウムイオンによるガラス基板処理をおこなった。

【0048】

次に、2度目の処理として、硝酸カリウムを含む処理剤を用意し、380℃に加熱し熔融させて熔融塩を調製した。そして、上述した硝酸ナトリウムと同様にイオン含有量を分析し、清浄な熔融塩であることを確認した。

そこで、この熔融塩中へ前記ガラス基板を2時間浸漬させて、2度目の処理として、第2のアルカリイオンであるカリウムイオンによるガラス基板処理をおこなった。

さらに、この処理の後にガラス基板を洗浄し、化学強化の処理を完了したガラス基板を得た。

【0049】

（ガラス基板の物性値の測定）

得られたガラス基板の主表面の表面粗さを、上述したAFMを用いて計測したところ、 R_{max} は4.5nm、 R_a は0.45nmの平滑な鏡面であることが分かった。

【0050】

次に、得られた500枚のガラス基板の抗折強度を測定した。但し、抗折強度は、ガラス基板上に荷重を加えていったとき、ガラス基板が破壊したときの荷重として求めた。評価結果を、本発明に係る、ガラス基板、および磁気ディスクの特性一覧表である図1に掲げる。

尚、図1の評価結果は、この実施例により得られたガラス基板について、個々

の抗折強度を測定し、それらの平均値及び標準偏差値を求め、この値を掲げたものである。

【 0 0 5 1 】

抗折強度は、高ければ高いほど、高剛性で耐久性の高い好適なガラス基板であることを示唆している。しかし、たとえ抗折強度が高くても、標準偏差が大きいと、品質バラツキが大きいことを示し、製造歩留まりが減少することで製造コストが上昇してしまう。さらに、標準偏差が大きいと工程能力指数（C p k）が悪化するため、出荷製品に高度の品質保証を付与することが困難となる。

本実施例においては、抗折強度の平均値は 2 4 . 5 5 k g f と、大きいにも拘わらず標準偏差は 0 . 3 4 と小さく、十分な強度を有するガラス基板を歩留まり良く製造できることが判明した。

【 0 0 5 2 】

（磁気ディスクの製造）

得られたガラス基板上へ、D C マグネトロンスパッタリング法により順次、以下の成膜を行なった。

まず、ガラス基板上へ、A l R u 合金を含むシード層を形成し、次に、このシード層上へ、C r W 合金を含む下地層を形成した。シード層は、磁性層の磁性グレインを微細化させる作用を備え、下地層は、磁性層の磁化容易軸を面内方向に配向させる作用を備える。

【 0 0 5 3 】

次に、下地層上へ、磁性層として C o C r P t T a 合金を含む強磁性層を成膜した。

引き続いてこの磁性層上へ、水素化炭素を含む保護層を形成した。この保護層は磁気ヘッドの衝撃から磁性層を保護するための作用を有する。次いでディップ法により P F P E 化合物を含む潤滑層を形成した。以上の工程により磁気ディスクを得た。

【 0 0 5 4 】

（磁気ディスクの物性値の測定）

得られた磁気ディスクの磁気ヘッド浮上特性を評価するため、タッチダウンハ

イト法によるグライドテストを行なった。この結果、タッチダウンハイトは4.5 nmであった。つまり磁気ヘッドは浮上量が4.5 nmとなるまで磁気ディスクと衝突しないことが分かった。

【0055】

続いて、得られた磁気ディスクのLUL耐久試験を行なった。磁気ディスクと浮上量が12 nmの磁気ヘッドをLUL方式HDDに搭載し、連続してLUL動作を繰り返し行なった。その結果、60万回の連続LUL動作に故障なく耐久することができた。

これは、ガラス基板内の応力プロファイルが好ましく制御された結果、耐久力が増加し、経時破損が抑制されたためであると考えられる。

【0056】

[実施例2]

実施例2は、実施例1に記載した化学強化の処理工程を以下の処理工程に代替した。

即ち、第1の化学強化の処理に用いる処理剤として、硝酸ナトリウムと硝酸カリウムを60：40の重量比で混合させた、硝酸ナトリウムを主成分とする処理剤を調製し、これを加熱溶解させたものを処理剤として用いた。

また、第2の化学強化の処理に用いる処理剤として、硝酸ナトリウムと硝酸カリウムを40：60の重量比で混合させた、硝酸カリウムを主成分とする処理剤を調製し、これを加熱溶解させたものを処理剤として用いた。

上述の点以外は、実施例1と同様の製造方法をおこない、製造されたガラス基板、及び磁気ディスクに対し、実施例1と同様の測定を行った。

【0057】

製造されたガラス基板の抗折強度、標準偏差、及び磁気ディスクのLUL耐久試験の測定結果を図1に掲げる。

【0058】

本実施例においては、ガラス基板における抗折強度の平均値、標準偏差、および磁気ディスクにおけるLUL耐久試験結果とも、実施例1より若干劣る結果が得られたが、それぞれ、ガラス基板、磁気ディスクとして十分な強度を有してい

ることが判明した。

すなわち、実施例 1 ～ 2 の範囲において、ガラス基板表面のイオン交換、およびガラス基板内の応力プロファイル制御は好ましい範囲にあることが判明した。尚、ガラス基板の表面粗さ、及び磁気ディスクのタッチダウンハイトは実施例 1 と同様であった。

【 0 0 5 9 】

[比較例 1]

比較例 1 では、実施例 1 に記載した化学強化の処理工程において、処理剤として硝酸カリウムを用いた 1 度目の処理のみをおこない、2 度目の処理をおこなわなかったものである。

製造されたガラス基板の抗折強度、標準偏差、及び磁気ディスクの L U L 耐久試験の測定結果を図 1 に掲げる。

【 0 0 6 0 】

本比較例の結果より、次のことが判明した。

ガラス基板に、高い抗折強度を付与することは、ガラス基板に含有されるアルカリイオン（リチウムイオン）を、よりイオン半径の大きなアルカリイオン（本比較例では、カリウムイオン。）に交換することで、2 5 . 4 8 k g f を達成することができる。しかし、試料毎の抗折強度の標準偏差は、4 . 0 4 と大きく、試料毎に抗折強度が大きくバラツクことが判明した。さらに、L U L 耐久試験の結果も 4 0 万回程度で、磁気ディスクとしては、不満な水準であった。これは、ガラス基板に対し、表面近傍のリチウムイオンをカリウムイオンへ交換したのみで、ガラス基板内の応力プロファイルが制御されない結果、耐久力が増加せず、経時破損が抑制されなかったためであると考えられる。

【 0 0 6 1 】

[比較例 2]

比較例 2 では、実施例 1 に記載した化学強化の処理工程を、硝酸ナトリウムと硝酸カリウムを重量比で 4 0 : 6 0 とした処理剤を用いた、1 度目の処理のみとし、2 度目の処理をおこなわなかったものである。

製造されたガラス基板の抗折強度、標準偏差、及び磁気ディスクの L U L 耐久

試験の測定結果を図 1 に掲げる。

【0062】

本比較例の結果より、次のことが判明した。

ガラス基板へ高い抗折強度を付与し、且つそのバラツキを少なくすることを目標で、ガラス基板に含有されるアルカリイオン（リチウムイオン）を、よりイオン半径の大きな複数種のアルカリイオン（本比較例では、カリウムイオンとナトリウムイオン。）に交換した。しかし、ガラス基板の抗折強度は、10.26 kgf となり、カリウムイオンの効果をナトリウムイオンが相殺してしまう結果となった。また、試料毎の抗折強度の標準偏差は 0.80 であり、単に複数種のイオンを混合しただけでは、バラツキにおいても満足すべき水準に達しなかった。

さらに、LUL 耐久試験の結果も 40 万回程度で、磁気ディスクとしては、不満な水準であった。これは、単に複数種のイオンを混合しただけでは、ガラス基板内の応力プロファイルが制御されない結果、耐久力が増加せず、経時破損が抑制されなかったためであると考えられる。

【0063】

【発明の効果】

以上、詳述したように本発明は、

アルカリイオンを含有する磁気ディスク用ガラス基板を処理する処理方法であって、

前記磁気ディスク用ガラス基板に含有されるアルカリイオンのうち最も小さなイオン半径を有するものよりも、大きなイオン半径を有する第 1 のアルカリイオンを用いて前記磁気ディスク用ガラス基板を処理した後に、

前記第 1 のアルカリイオンよりも、大きなイオン半径を有する第 2 のアルカリイオンを用いて前記磁気ディスク用ガラス基板を処理するものであるが、

この処理をおこなった磁気ディスク用ガラス基板は、高い抗折強度と、経時破損への耐久力とを有するものとなった。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

磁気ディスク用ガラス基板、および磁気ディスクの特性一覧表である。

【書類名】 図面

【図 1】

	1 度目の処理		2 度目の処理		抗折強度(n=500) 平均値(kgf)	標準偏差	LUL耐久試験
	硝酸ナトリウム	硝酸カリウム	硝酸ナトリウム	硝酸カリウム			
実施例 1	100wt%	-	-	100wt%	24.55	0.34	60万回耐久
実施例 2	60wt%	40wt%	40wt%	60wt%	20.21	0.36	55万回耐久
比較例 1	-	100wt%	-	-	25.48	4.04	40万回耐久
比較例 2	40wt%	60wt%	-	-	10.26	0.80	40万回耐久

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

抗折強度が高く、経時破損も起こすことのない、HDDなどの磁気ディスク装置に搭載される磁気ディスク等に好適なガラス基板を製造するための、磁気ディスク用ガラス基板の処理方法、および当該ガラス基板を用いた磁気ディスクを提供する。

【解決手段】

リチウムイオンを含有するアモルファスなアルミノシリケートガラスからなるガラス基板を鏡面研磨した後、1度目の処理として、380℃の硝酸ナトリウム溶融塩の処理剤へ当該ガラス基板を2時間浸漬し、2度目の処理として、380℃の硝酸カリウム溶融塩の処理剤へ当該ガラス基板を2時間浸漬した後、洗浄して磁気ディスク用ガラス基板を得た。この磁気ディスク用ガラス基板上へ適宜な方法により、磁性層等を形成し、抗折強度が高く、LUL耐久性にも優れた磁気ディスクを得た。

【選択図】 図1

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 3 - 0 4 3 2 1 2
受付番号	5 0 3 0 0 2 7 5 7 5 9
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0 0 9 4
作成日	平成 1 5 年 2 月 2 5 日

< 認定情報・付加情報 >

【提出日】 平成15年 2月20日

次頁無

出証特 2 0 0 4 - 3 0 0 6 6 0 3



特願 2 0 0 3 - 0 4 3 2 1 2

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 1 1 3 2 6 3]

1. 変更年月日

2 0 0 2 年 1 2 月 1 0 日

[変更理由]

名称変更

住 所

東京都新宿区中落合 2 丁目 7 番 5 号

氏 名

H O Y A 株式会社

特願 2 0 0 3 - 0 4 3 2 1 2

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[5 0 3 0 6 9 1 5 9]

1. 変更年月日

2 0 0 3 年 2 月 2 0 日

[変更理由]

新規登録

住 所

タイ王国 ランプーン アンパームアン タンボルバンクラン

ムー 4 6 0 / 2 6

氏 名

ホーヤ ガラスディスク タイランド リミテッド